

PAT-NO: JP401280016A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01280016 A

TITLE: PRODUCTION OF POLYESTER FIBER
EMITTING FAR-INFRARED RAY

PUBN-DATE: November 10, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

NAGI, HISASHI

SATO, KIKUTOMO

TAKEUCHI, NOBUSUKE

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

KURARAY CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP63104951

APPL-DATE: April 26, 1988

INT-CL (IPC): D01F006/62, C08G063/22 , D01F001/10 ,
D01F006/92

US-CL-CURRENT: 524/443

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain the title polyester fiber with durability by incorporating an oxide ceramic of specified granular size in the polyester polycondensation system before completion of said polycondensation to produce a polyester followed by spinning said polyester.

CONSTITUTION: A dicarboxylic acid such as terephthalic acid or its ester and a diol component such as ethylene glycol are mutually

blended into a slurry,
and 3-10wt.% of an oxide ceramic $\leq 5\mu$; in average
granular size (based on
the final polyester) is added to this slurry followed by
polycondensation
reaction. Thence, the resultant polyester is spun using a
melt spinning unit
to obtain the objective polyester fiber suitable for
waddings, carpets, inner
cloth of underwears, etc.

COPYRIGHT: (C)1989, JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A)

平1-280016

⑤Int. Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	④公開 平成1年(1989)11月10日
D 01 F 6/62	3 0 6	F-6791-4L	
C 08 G 63/22	NMP	6904-4J	
D 01 F 1/10		6791-4L	
6/92	3 0 1	M-6791-4L	審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭発明の名称 遠赤外線を放射するポリエステル繊維の製造方法

⑰特 願 昭63-104951

⑱出 願 昭63(1988)4月26日

⑲発明者	畠 比 佐 志	岡山県倉敷市玉島乙島7471番地	株式会社クラレ内
⑲発明者	佐 藤 菊 智	岡山県倉敷市玉島乙島7471番地	株式会社クラレ内
⑲発明者	竹 内 信 亮	岡山県倉敷市玉島乙島7471番地	株式会社クラレ内
⑲出願人	株式会社クラレ	岡山県倉敷市酒津1621番地	
⑲代理人	弁理士 本 多 堅		

明 細 書

1. 発明の名称

遠赤外線を放射するポリエステル繊維の
製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ジカルボン酸またはそのエステル類とジオール成分からポリエステルの製造するに際し、該ポリエステルの重合反応が完結する迄に、平均粒子径が5 μ m以下の酸化セラミックスを基本となるポリエステルに対し3~10重量%となる量で反応系に添加し、ついで得られたポリエステルの紡糸することを特徴とする遠赤外線を放射するポリエステル繊維の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、遠赤外線を放射する酸化セラミックス微粉末を含有する新規なポリエステル繊維の製造方法に関するもので、特にふとん綿、カーペット、肌着内地等の用途に用いた場合、好ましい保温効果を示す。

<従来の技術>

遠赤外線を用いて物体を加熱する場合の特徴としては、輻射特性が極めて強く、被加熱物体は直接加熱され、中間に空気層があっても阻害されず、被加熱物体の表面と内部との熱伝達時間差が少なく、全体がほとんど同時に加熱されること、および有機高分子化合物に対する加熱効果が高く、人体に対する暖房感覚がやわらかであることが挙げられる。このような特徴を利用して、加熱、乾燥用としての産業用のほか、民生用としての暖房器具に加えて遠赤外線サウナや温灸器として医療および保健面などの用途が開発されている。

遠赤外線放射源用の材料としては有機化合物の赤外線吸収剤も知られているが、セラミックスが中でも優れているものの一つに挙げられている。実際耐熱性、遠赤外線吸収特性と整合のとれた放射特性をもつセラミックスは、今日遠赤外線ヒーターや遠赤外線染料として量産されている。一方、有機化合物の赤外線吸収剤もその用途に使用されている。

< 発明が解決しようとする課題 >

このようなセラミックスを用いた繊維製品は特開昭61-12908号及び特開昭62-238811号において公知である。しかしながら、従来技術において、繊維基材への酸化物セラミックスの付与方法は

(I) 染液にセラミックス微粉末を添加して染色する、

(II) 紡糸液へ微粉末を添加する、等であり、(I)の方法ではセラミックス微粉末は、繊維表面上に付着しているため、セラミックス微粉末が脱落し、遠赤外線放射性能が漸次低下してくるという欠点を有する。また、(II)の方法は、重縮合終了後にセラミックス微粉末を添加する意味と思われるが、この場合の添加は、溶剤なしで混合するため、巨大な粒子となり、紡糸口金のフィルター詰り、あるいは、単糸切れ等を起こし、良好な紡糸調子を得ることは難しい。

本発明者等は、こうした欠点を改善すべく鋭意研究の結果、特定粒径の酸化物セラミックスをポリエステル重縮合反応が完結する迄に添加する

ジピン酸、セバシン酸、イソフタル酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸またはそれらのエステル類等のジカルボン酸成分を用いることができ、またジオール成分としてはエチレングリコール、1,4-ブチレングリコール等の脂肪族グリコールあるいは脂肪族グリコールの一部をジエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリアルキレングリコール等に置き換えて用いることができる。更に、オキシ酸やポリオール等も適宜共重合可能である。本発明におけるポリエステルは安定剤、染料や顔料などの着色剤など通常のポリエステル繊維に適用される改質剤や機能性付与剤を含んでもよい。

本発明においては、上記のポリエステルの製造時、即ち重縮合反応完結までに酸化物セラミックスの微粉末を反応系に添加することが重要であり、好ましくは、エステル化から重縮合反応完結迄の間に添加されるものである。この時期に酸化物セラミックスを添加して得られたポリエステル繊維は、繊維内部で酸化物セラミックスの微粉末が凝

ることによって合成繊維中の遠赤外線放射源材料に耐久性があり、該材料が合成繊維中で高濃度でしかも高い分散状態で存在し、したがっては、耐久性のある良好な遠赤外線放射特性を有するポリエステル繊維が得られることを見出し本発明に到達した。

< 課題を解決するための手段 >

即ち、本発明は、ジカルボン酸またはそのエステル類とジオール成分からポリエステルの製造するに際し、該ポリエステルの重縮合反応完結するまでに平均粒子径が $5\mu\text{m}$ 以下の酸化物セラミックスを基本となるポリエステルに対し3~10重量%となる量で反応系に添加し、ついで得られたポリエステルの紡糸することの特徴とする遠赤外線を放射するポリエステル繊維の製造方法である。

本発明においてポリエステルは、特に限定されることはなく、繊維形成能を有するポリエステルであればよい。又、ポリエステルはDMT法、直接重合法のどちらの方法で製造されるものでもよく、重合成分としては、例えばテレフタル酸、ア

果することなく均一に分散されている。これに対し、従来方法の様に溶解紡糸原液に酸化物セラミックスを混練したものは、酸化物セラミックスの微粉末が凝集して巨大な粒子となり易いので良好な紡糸調子を達成できず単糸切れも頻繁に発生して好ましくない。

酸化物セラミックスの添加方法としては、例えば予めジカルボン酸成分とジオール成分とのスラリー中に酸化物セラミックス微粉末を加えておいて、該スラリーをエステル化槽へ供給する方法と、これらの微粉末を直接エステル化槽へ添加する方法とがある。前者の場合、微粉末は先ずジオール成分と混合し、十分に攪拌した後にジカルボン酸成分と混合し、スラリーとするのが好ましい。

本発明で使用される酸化物セラミックスは遠赤外線放射特性を有し、平均粒子径が $5\mu\text{m}$ 以下のものであれば特に限定されることはなく、例えば、 TiO_2 、 SiO_2 、 ZrO_2 、 Al_2O_3 、 CuO 、 Cu_2O 、 Mn_2O_3 、 NiO 、 Y_2O_3 、 ZnO 、 V_2O_5 、 Co_2O_3 、 Fe_2O_3 等の金属酸化物や、粘土に TiO_2 、 ZrO_2 、 SnO 、 SnO_2 等の金属

酸化物を添加して焼結させて得られるものがあり、具体的には ZrO_2-SiO_2 系セラミックス（ジルコン等）、 $Al_2O_3-SiO_2$ 系セラミックス（ムライト等）、 $TiO_2-Cr_2O_3$ 系セラミックス、 $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ 系セラミックス（コージライト等）、 $Al_2O_3-(Si, Ti)O_2$ 系セラミックス、 $(Al, Fe, B, Cr)_2O_3-SiO_2$ （アルカリ金属、アルカリ土類金属）酸化物系セラミックス等が挙げられる。市販品の例としてはホトンセラミックス社製の#101や#102セラミックスパウダーがある。これらの酸化物セラミックスは単独で用いてもよいし、2種以上を混合して用いてもよい。

本発明においては、酸化物セラミックスを平均粒径で $5\mu m$ 以下に粉砕したものをを用いることが重要である。 $5\mu m$ を超える粉末を用いると可紡性が低下するので好ましくない。より好ましくは平均粒径 $1\mu m$ 以下の酸化物セラミックスを用いることである。ここで平均粒径はメジアン径（積算分布曲線の50%に相当する粒子径）であり、粉砕された酸化物セラミックスの分散希釈液について光の

透過率を測定して求められる光透過法によるものであり、具体的には（株）セイシン企業製のマイクロン・フォトサイザーSKC-2000Sを用いて測定されるものである。

また、酸化物セラミックスの粉砕方法については特に限定されることはなく従来公知の粉砕機を用いて粉砕することが可能である。

本発明においては上記酸化物セラミックス微粉末は3~10重量%含有せざることを必要とするが、その一部を顔料用としての TiO_2 等に置き換えることができる。この場合、顔料用の TiO_2 としては $5\mu m$ 以下、好ましくは $1\mu m$ 以下のものが用いられ、ポリエステル中で酸化物セラミックスと顔料用の TiO_2 の合計量が10重量%を超えないことが望ましい。これらの微粉末の含有量が3重量%未満では遠赤外線放射効果は僅かであるが、3重量%を以上で温感効果が増大する。しかし、10重量%を超えると繊維化が困難になったり、繊維物性が劣ってくる。

上述のように重合反応完結迄に酸化物セラミ

ックスを添加して得られるポリエステルは通常の溶融紡糸装置を使用して本発明の優れた繊維を製造することができる。

本発明の製造方法によつて得られる遠赤外線放射ポリエステル繊維は優れた保温効果を有するものである。例えばふとん綿、カーベツト、防寒着、肌着、座ぶとん等の用途が考えられる。

<実施例>

次に実施例をもつて本発明を説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

実施例1~7及び比較例1~3

ホトンセラミックス社製セラミックスパウダー#101の200メッシュバスの粗粒粉末、コージライト及びムライトを乾式アトライター（三井三池化工機社製）を用いて微粉砕して表1に示した微粉末を得た。また顔料用酸化チタンは、チタン工業製の市販品を用いた。

以下余白

表 1

微 粒 子	平均粒子径	最大粒子径
ホトンセラミックス	$0.4\mu m$	$5\mu m$
コージライト	$0.6\mu m$	$4\mu m$
ムライト	$0.5\mu m$	$7\mu m$
酸化チタン（顔料用）	$0.3\mu m$	$1\mu m$

上記の酸化物セラミックスおよび必要に応じて顔料用酸化チタンを1種類あるいは2種類以上組み合わせて、室温でエチレングリコールに混合し、十分攪拌した後、テレフタル酸と該テレフタル酸とのモル比が1.2となるように調整して混合し、1種あるいは2種以上の微粉末を含むスラリーを数種類作成した。このスラリーをエステル化槽に連続的に供給してエステル化を行い、エステル化率98%のエステル化物を得、続いて重合を行いポリエステルを得た。尚重合触媒は Sb_2O_3 を使用した。このようなポリマーの製造法にしたがい微粉末の添加量も変更した。

公知の方法により、紡糸延伸を行い、極限粘度 $[\eta]0.64$ 、繊維度6デニール、繊維長64mmの中空ふ

とん綿タイプの遠赤外線放射ポリエステル繊維を得た。

なお、ポリエステルの極限粘度[η]は、フェノールと四塩化エタンとの等重量混合物を溶媒として、温度30℃で測定した溶液粘度から換算して求めた値である。

遠赤外線放射効果の評価方法としては、赤外線映像処理装置（商品名サーモグユア：日本電子（株）製）を用いて試料の発する温度を測定した。すなわち黒体熱板上に測定試料および対照試料を載せ試料の真上の位置にカメラを設置し、20分放置後、スクリーン上のそれぞれの試料の温度表示を読みとった。評価は、対照試料（TiO₂ 0.4%含有繊維）に対しどの程度高くなるか（温度差：ΔT℃）にて行った。

各種評価結果を表2に示したが、本発明の製法による繊維は良好な繊維物性を有し、紡糸中の糸切も全く認められず、かつ優れた遠赤外線放射特性を有するものであった。一方、比較例1～3では遠赤外線放射性に劣り、比較例2では紡糸不調

であった。

比較例 4

実施例1の表1で示したホトンセラミツク粉末をポリエステルの紡糸直前の熔融ポリマーに練り込んで公知の方法により紡糸延伸を行ったが、紡糸中に糸切が多発し、良好な繊維を得ることができなかった。

以下余白

表 2

	含有微粉末および含有率(wt%)				繊維物性				Δ T
	ホトンセラミツク粉末	コーライト	ムライト	TiO ₂ (原料)	強度	伸度	灰分	[η]	
実施例 1	3	2	—	0	6.3 ^d	3.8 ^d /d	41	5.0	0.64
" 2	3	2	2	0	6.2	3.5	40	7.2	"
" 3	5	—	—	0.4	6.3	3.7	42	5.1	"
" 4	—	3	—	0.4	6.3	3.8	40	3.5	"
" 5	—	—	7	0.4	6.2	3.6	39	7.0	"
" 6	—	2	1	3	6.4	3.7	41	5.8	"
" 7	2	3	—	3	6.2	3.5	40	8.2	"
比較例 1	1	—	1	0.4	6.3	3.9	43	2.2	"
" 2	3	5	5	0.4	紡糸不調	紡糸不調	紡糸不調	—	—
" 3	—	—	—	0.4	6.2	3.9	44	0.4	"

*サーモグユア装置による測定結果[比較例3(対照)との温度差：ΔT℃]

< 発明の効果 >

本発明の製造方法によれば、酸化物セラミツクス微粉末が極めて高い分散状態でポリエステル中に存在するため、紡糸調子が極めて良好で、得られた繊維の物性も殆ど損われず、しかも優れた遠赤外線放射特性を有するものである。

特許出願人 株式会社 クラレ
代理人 弁理士 本多 堅